

⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift  
⑯ DE 3638552 A1

⑯ Int. Cl. 4:  
**C07C 179/10**

C 07 C 179/12  
C 07 C 178/00  
// C11D 3/39,3/48,  
D06L 3/02,  
A01N 37/02



⑯ Anmelder:

Joh. A. Benckiser GmbH, 6700 Ludwigshafen, DE

⑯ Vertreter:

Zellentin, R., Dipl.-Geologe Dr.rer.nat., 8000  
München; Zellentin, W., Dipl.-Ing.; Grußdorf, J.,  
Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anwälte, 6700  
Ludwigshafen

⑯ Erfinder:

Heim, Gerhard, Dipl.-Chem. Dr., 6945 Hirschberg,  
DE; Bauer, Werner, 6520 Worms, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Vorrichtung zum Herstellen und Dosieren von Peroxosäuren

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Herstellen und Dosieren von Peroxosäuren. Sie besteht aus einem Standcontainer mit einer Zulauf- und Mischvorrichtung, Leitungen für Carbonsäuren und Wasserstoffperoxid, die über Pumpen an die Vorratsbehälter angeschlossen sind, einer Dosierleitung, die über eine Dosierpumpe die Peroxosäuren abgibt, einer Steuervorrichtung, die über Steuerleitungen mit Füllstandsanzeigen am Standcontainer und den Pumpen verbunden ist.

DE 3638552 A1

DE 3638552 A1

## Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Herstellen und Dosieren von Peroxosäuren, bestehend aus einem Standcontainer (1) mit einer Zulauf- und Mischvorrichtung (2), Leitungen (3, 4) für Carbonsäuren und Wasserstoffperoxid, die über Pumpen (5, 6) an die Vorratsbehälter (7, 8) angeschlossen sind, einer Dosierleitung (9), die über eine Dosierpumpe (10) die Peroxosäuren abgibt, eine Steuervorrichtung (11), die über Steuerleitungen (12 – 15) mit Füllstandsanzeigern (16, 17) am Standcontainer (1) und den Pumpen (5, 6 und 10) verbunden ist.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Standcontainer (1) durch einen Zwischenboden (18) in zwei Abteile (1a, 1b) geteilt ist, wobei ein Ventil (19) und ein Fallrohr (20) vorgesehen sind, über die die Peroxosäure aus dem oberen Abteil (1b) in das untere geleitet werden kann, während über ein Lüftungsrohr (21) ein Luftausgleich erfolgen kann, und eine Lüftungs- und Filtervorrichtung (22) für eine Be- und Entlüftung beim Füllen und Entleeren des Standcontainers dient.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Steuervorrichtung eine Sperre besitzt, die nur eine gleichzeitige Zuführung über die Leitungen (3, 4) erlaubt und eine weitere Sperre besitzt, die die Dosierleitung (9) bzw. das Ventil (19) für die Reaktionszeit der Peroxosäurebildung nach Zuführung der Vorratslösungen zum Container (1) bzw. zum Abteil (1b) sperrt.

4. Verfahren zur Herstellung von Peroxosäuren, vorzugsweise von Peressigsäure, durch Umsetzung der entsprechenden Carbonsäure mit Wasserstoffperoxid unter Katalyse mit Mineralsäuren, dadurch gekennzeichnet, daß man wäßrige Lösungen von Carbonsäure, Katalysator und Wasserstoffperoxid gleichzeitig über einen statischen Mischer (2) in einem als Reaktionsgefäß ausgelegten Standcontainer (1) zusammen gibt, unter Bildung von Peroxosäure reagieren läßt und nach Bedarf dosiert entnimmt.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die gebildete Peroxosäure in einen Vorratsbehälter (1a) überführt und aus diesem dosiert entnommen wird.

6. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß soviel Ausgangssubstanzen in das Reaktionsgefäß nachgegeben wird, wie Peroxosäure entnommen wird, wobei innerhalb der Reaktionszeit der Peroxosäurebildung nicht mehr als 20% vorzugsweise 10% Vorratsvolumens entnommen wird.

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine neue Vorrichtung zum Herstellen und Dosieren von Peroxosäuren.

Organische Peroxosäuren, häufig auch Persäuren genannt, sind Verbindungen der Formel R-CO-O-O-H, die als Hydroperoxide der entsprechenden Carbonsäuren aufgefaßt werden können. Bekannte Vertreter dieser Gruppe sind Peroxypropionsäure, Diperoxyphthalsäure, Perameisensäure, Peressigsäure und Perbenzoësäure. Die aus den Carbonsäuren und H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in Gegenwart von Mineralsäuren als Katalysator herstellbaren Peroxosäuren werden im Laboratorium und technisch zur

Gewinnung von Epoxiden, bei der Hydroxylierung und zu speziellen Oxidationsprozessen verwendet (Römpf's Chemie Lexik n. 8. Aufl. Seit 3038).

Technisch besonders wichtig ist die Peressigsäure, die u.a. als Bleichmittel bei der Herstellung von Papieren, Textilien sowie als bakterizides, fungizides und viruzides Desinfektionsmittel für Lebensmittel eingesetzt wird. Da sich insbesondere konzentriertere wäßrige Lösungen explosionsartig zersetzen können, wird die Peressigsäure häufig in situ, d.h. im Reaktionsgefäß hergestellt. (Römpf's Chemie Lexikon, 8. Aufl., Seite 3044). Lediglich spezielle Formulierungen dürfen in Spezialbehältern transportiert werden.

Die Verwendung von Peressigsäure ist weiterhin dadurch eingeschränkt, daß es sich um eine unangenehm stechend riechende, Haut und Schleimhaut reizende Substanz handelt, die deshalb nicht ohne spezielle Vorrichtungen beim Verbraucher hergestellt werden kann. Andererseits ist der Einsatz von Peressigsäure als Desinfektions- und Reinigungsmittel in der Lebensmittelindustrie, bzw. zum Desinfizieren und Reinigen von Kesseln, Leitungen und Transportbehältern, wie Bierfässern, besonders vorteilhaft, da als Rückstand der Oxidation die lebensmittelrechtlich unbedenkliche Essigsäure zurückgebildet wird, die sich darüberhinaus auch leicht mit Wasser auswaschen läßt.

Es besteht daher ein erhebliches Bedürfnis nach einer einfachen, möglichst handlichen und transportablen Vorrichtung, mit der sich der Verbraucher aus den hne größere Probleme transportier- und lagerbaren Ausgangskomponenten – wäßrige Carbonsäure und wäßriges H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> – Peroxosäure in der benötigten Menge vor Ort herstellen und dem Verbrauch entsprechend dosieren kann.

Diese Aufgabe wird durch die in den Ansprüchen gekennzeichnete Vorrichtung gelöst.

Im einzelnen werden dem Standcontainer über die Zulauf- und Mischvorrichtung der gewünschten Peroxosäurekonzentration entsprechende Mengen von wäßriger Säure, insbesondere ein Gemisch aus 20 – 75% Essigsäure und bis zu 40% einer Mineralsäure, z.B. Schwefelsäure oder Phosphorsäure und wäßriges Wasserstoffperoxid (5 – 65%) – welches ggf. noch übliche Stabilisatoren, z.B. Harnstoff oder komplexbildende Säuren enthält –, zugeführt. Das molare Säure/Peroxid-Verhältnis beträgt 1:1 bis 10:1.

Nach einer Reaktionszeit von 1 – 5 Stunden hat sich das Gleichgewicht zwischen der Peroxosäure und den Ausgangskomponenten eingestellt, so daß die Lösung gebrauchsfertig ist und über die Dosierpumpe und Leitung abgezogen werden kann. Dieses Lösungsgemisch wird im Rahmen dieser Anmeldung kurz als "Peroxosäure" bezeichnet. Durch die Steuerungsvorrichtung wird dabei nicht nur die Menge der zugeführten Ausgangsstoffe geregelt, sondern auch dafür gesorgt, daß diese nur gleichzeitig eingeleitet werden, um überhöhte Konzentrationen der einen oder anderen Komponente zu vermeiden. Alle Gefäße und Leitungen müssen aus geeigneten säure- und oxidationsbeständigen Werkstoffen, beispielsweise Kunststoff, Glas oder Keramik bestehen. Ferner müssen Verunreinigungen der Peroxosäuren, insbesondere mit Schwermetallen, die diese zersetzen würden, vermieden werden.

In den beigefügten Figuren ist die erfundungsgemäße Vorrichtung dargestellt, wobei Abwandlungen möglich sind und mit unter den Schutz fallen.

Fig. 1 zeigt eine schematische Darstellung der Vorrichtung;

Fig. 2 zeigt eine speziell Ausgestaltung des Standcontainers.

Fig. 1 zeigt im einzelnen den Standcontainer 1, mit einer Zulauf- und Mischvorrichtung 2, den Leitungen 3 und 4 für den Zulauf der Säure und des Wasserstoffperoxids, die über die Pumpen 5 und 6 aus den Vorratsbehältern 7 und 8, beispielsweise Transportfässern für diese Substanzen, entnommen werden können. Die fertige Peroxosäure wird über die Dosierleitung 9 mittels der Dosierpumpe 10 aus dem Standcontainer entleert. Eine Steuervorrichtung 11, die über die Steuerleitung 12 mit den Füllstandsanzeigern 16, 17 am Standcontainer verbunden ist, regelt den Zulauf durch entsprechendes Einschalten der Pumpen 5 und 6, bzw. den Ablauf durch Schalten der Pumpe 10 über die Steuerleitungen 13 – 15. Die Steuervorrichtung kann natürlich im einfachsten Fall aus einem manuell bedienten Schalter bestehen, entsprechende automatische Schaltungen sind dem Fachmann jedoch in vielen Ausführungen bekannt und werden wegen der größeren Sicherheit bevorzugt.

Fig. 2 zeigt eine Unterteilung des Standcontainers durch einen Zwischenboden 18 in zwei Abteile 1a und 1b. In Abteil 1b wird aus der zugeführten Säure und dem Peroxid die Peroxosäure gebildet, während gleichzeitig aus dem Abteil 1a fertige Peroxosäure abgeführt und verbraucht werden kann. Nach vollständiger Ableitung der Peroxosäure aus 1a wird die inzwischen in 1b gebildete Säure über das Ventil 19 und Fallrohr 20 nachgefüllt, wobei die verdrängte Luft über das Lüftungsrohr 21 in das Abteil 1b entweichen kann. Anschließend wird 1b mit frischem Ausgangsmaterial nachgefüllt. Ein zusätzlicher Luftausgleich findet dabei über die Leitung 22 mit der Außenluft statt, wobei ein eingebautes Filter die unangenehmen Gerüche abfängt.

Statt eines Containers mit Zwischenboden, kann die Vorrichtung auch aus zwei getrennten Behältern bestehen, die über Verbindungsleitungen verbunden sind.

Statt der chargenweisen Herstellung, wie sie vorstehend vorgesehen ist, kann auch eine quasi kontinuierliche Betriebsweise dadurch erreicht werden, daß die Ausgangsstoffe in dem Maße in den Standcontainer nachgefüllt werden, wie Peroxosäure entnommen wird. Soweit die Entnahme innerhalb der für die Bildung von Peroxosäure notwendigen Reaktionszeit ein bestimmtes Maß, beispielsweise 20%, vorzugsweise 10% des Vorratsvolumens nicht übersteigt, wird in der entnommenen Säure das Verhältnis von Peroxosäure zu Wasserstoffperoxid nur geringfügig verschoben.

5

20

25

30

35

50

55

60

65

- L e r s i t e -

3638552

Nummer: 36 38 552  
Int. Cl.4: C 07 C 179/10  
Anmeldetag: 12. November 1986  
Offenlegungstag: 26. Mai 1988

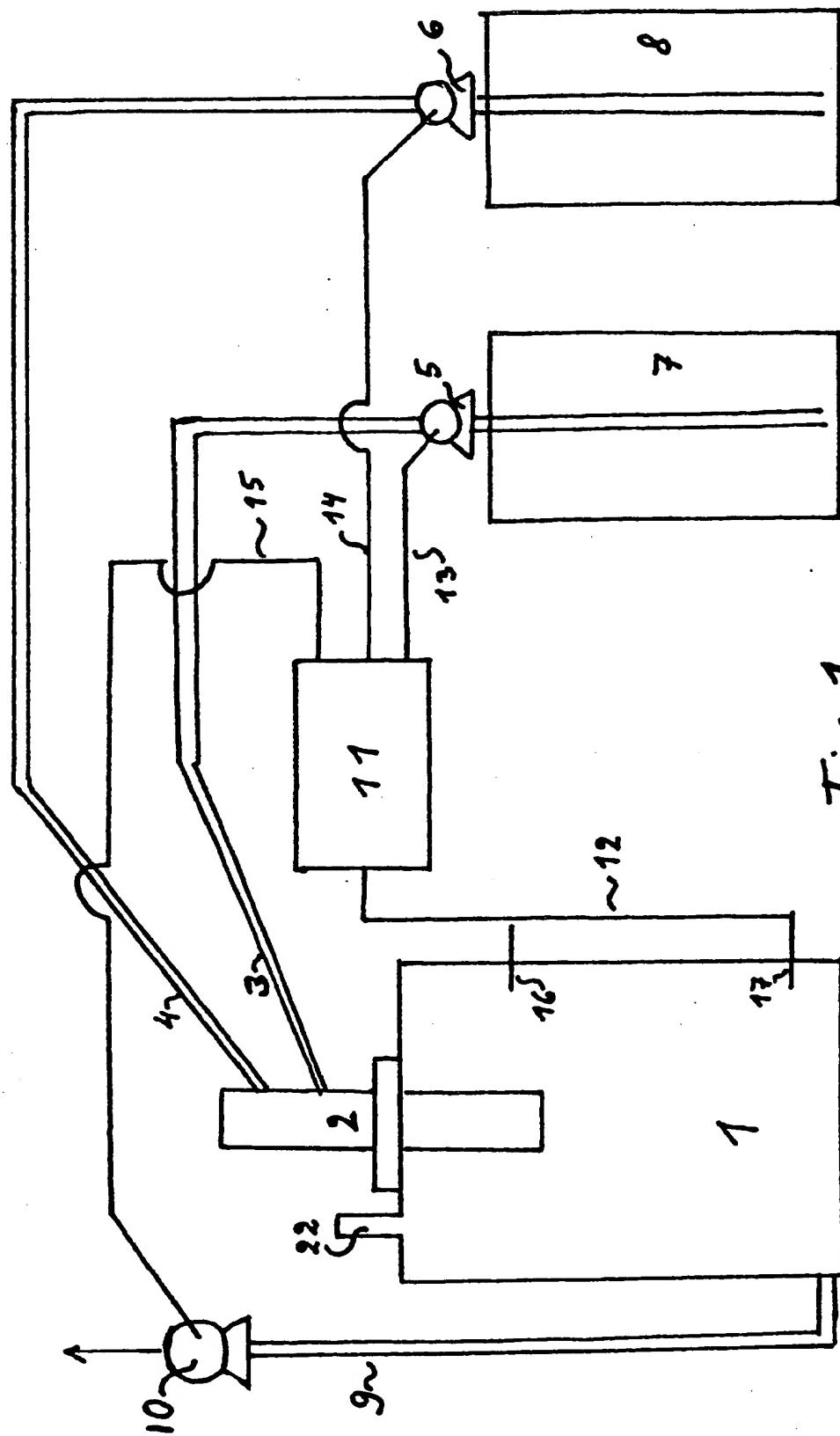


Fig. 1

3638552

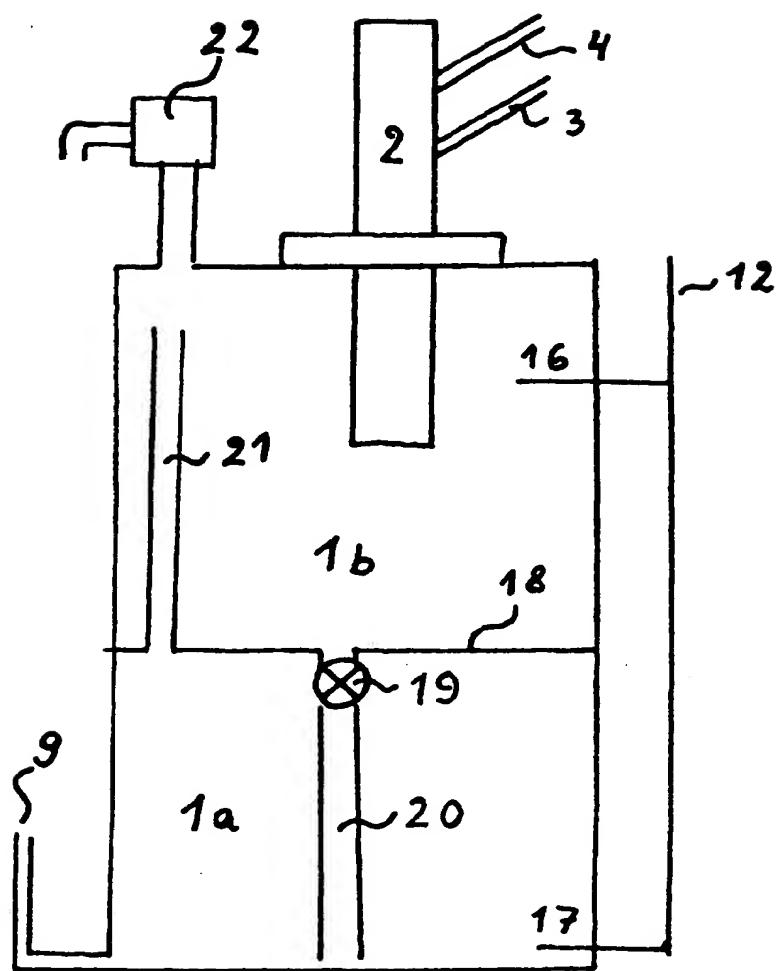


Fig. 2